

PATENT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

Appl. No.	:	<b>To Be Assigned</b>	Confirmation No. <b>TBA</b>
Applicant(s)	:	<b>SCHUCH, Andreas et al.</b>	
Filed	:	<b>Concurrent Herewith</b>	
TC/A.U.	:	<b>To Be Assigned</b>	
Examiner	:	<b>To Be Assigned</b>	
Title	:	<b>Carbon Black Pellets</b>	
Docket No.	:	<b>032301.371</b>	
Customer No.	:	<b>25461</b>	

**CLAIM FOR FOREIGN PRIORITY**

Mail Stop PATENT APPLICATION  
Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Relating to the above-identified United States patent application, and under the provisions of Section 119 of 35 U.S.C., Applicants hereby claim the benefit of German Application No. 103 09 957.3 filed in the German Patent Office on March 7, 2003.

In support of Applicants' claim for priority, a certified copy of said German application is attached hereto.

Respectfully submitted,

SMITH, GAMBRELL & RUSSELL, LLP



By: Robert G. Weilacher, Reg. No. 20,531

Dated: March 8, 2004  
Suite 3100, Promenade II  
1230 Peachtree Street, N.E.  
Atlanta, Georgia 30309-3592  
Ph: (404) 815-3593  
Fax: (404) 685-6893

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 103 09 957.3  
**Anmeldetag:** 07. März 2003  
**Anmelder/Inhaber:** Degussa AG,  
Düsseldorf/DE  
**Bezeichnung:** Rußperlen  
**IPC:** C 09 C 1/48

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 25. September 2003  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

Brosig

### Rußperlen

Die Erfindung betrifft Rußperlen, ein Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung.

Bei der Verarbeitung von Rußen werden vorzugsweise  
5 granuliert Produkte eingesetzt, die häufig als  
Rußgranulat, Perlruß oder pelletierter Ruß bezeichnet  
werden. Abhängig von der Struktur und der Oberfläche der  
Ruße ist die Granulation unterschiedlich zu handhaben. So  
agglomerieren Ruße mit niedriger Struktur und niedriger  
10 Oberfläche leichter als Ruße mit hoher Struktur und  
niedriger Oberfläche.

Zur Granulation der Ruße werden bekannterweise  
größentechnisch zwei unterschiedliche Verfahren verwendet:  
die Naßgranulation in einer Perlmaschine mit anschließender  
15 Trocknung und die Trockengranulation in einer Perltrommel.  
Beide Verfahren haben deutlich unterschiedliche Prozeß-  
parameter, die in engem Zusammenhang mit den physikalischen  
Vorgängen bei der jeweiligen Agglomeration und mit den  
resultierenden Perleigenschaften stehen.

20 Für die Naßgranulation können als Perlmaschinen  
Granulatoren mit Stachelwelle eingesetzt werden. Sie  
bestehen aus einem liegend angeordneten feststehenden Rohr  
(Stator) mit einer darin sich drehenden Stachelwelle.  
Zwischen der Achse der Stachelwelle und der Rohrwandung  
25 befindet sich der für die Granulation zur Verfügung  
stehende Perlraum. Im Perlraum wird der Ruß vom Einlauf am  
einen Ende des Rohres zum Auslauf am anderen Ende des  
Rohres durch die sich drehende Stachelwelle befördert.  
Dabei erfolgt die Agglomeration durch Abrollen des Rußes an  
30 der stehenden Rohrwandung.

In der Perlmaschine wird der pulverförmige Ruß mit Wasser,  
gegebenenfalls unter Zusatz eines Bindemittels, intensiv

gemischt. Die feuchten Perlen werden anschließend in einem weiteren Verfahrensschritt getrocknet (DE-AS 1 264 412, US 3,607,086, US 3,787,161, US 4,222,727).

Die erzielbare Perlhärte der durch die bekannte  
5 Naßgranulation erhaltenen Rußperlen liegt ohne Einsatz von Bindemitteln im Bereich zwischen 0,1 bis 0,3 N bei Perldurchmessern zwischen 1,4 und 1,7 mm.


Sowohl bei der Naß- als auch bei der Trockengranulation können Additive zur Erhöhung der Perlhärte und/oder zum  
10 Verbessern der Dispergierbarkeit eingesetzt werden.

Die bekannten Rußperlen haben die Nachteile, dass die Perlhärte, Perlform und/oder Perlaufbau so ungenügend sind, dass die Verarbeitbarkeit (Dispergierbarkeit und  
15 Inkorporationsgeschwindigkeit) und/oder die Fließ- und Lagereigenschaften schlecht sind.


Die Perlhärte eines geperlten Rußes sollte möglichst gering sein, damit die Perle schnell zerfällt und eine schnelle und gute Dispergierung erreicht wird. Jedoch werden bei abnehmender Perlhärte die Fließ- und Lagereigenschaften  
20 verschlechtert. Durch die niedrigere Perlhärte werden bei Fließ- beziehungsweise Fördervorgängen mehr Feinanteil durch Abrieb und Bruch gebildet, was Förderprobleme und schlechtere beziehungsweise langsamere Einarbeitung (Dispergierung und Inkorporation) von Rußperlen in das  
25 verwendete Medium zur Folge hat.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, Rußperlen zur Verfügung zu stellen, die gute Fließ- und  
Lagereigenschaften besitzen und weich genug sind gut zu  
inkorporieren und zu dispergieren.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Rußperlen, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man in einem Ringschichtmischgranulator die Einspeisemenge an unverperlten Ruß konstant hält und über zwei möglichst  
5 einlaufsnah positionierte Düsenhalter mit jeweils zwei Düsen, wobei die Sprühkegel der Düsen einen Winkel in der Strömungsrichtung des Rußes zwischen 10 und 90°, vorzugsweise zwischen 30 und 60°, zu dieser einnehmen, das Wasser bei einem Druck, gemessen an den Düsen, von 3 bis 5  
10 bar eindüst.



Der unverperlte Ruß kann dem Einlauf des Ringschichtmischgranulator mit Hilfe einer Förderschnecke zugeführt werden. Der Rußdurchsatz beziehungsweise Mengendurchsatz des Ringschichtmischgranulator ist daher  
15 gleich der Förderrate der Förderschnecke und kann somit in weiten Grenzen eingestellt werden. Füllmenge und Verweilzeit können durch Anheben des Auslaufs gegenüber dem Einlauf verlängert werden. Der sich dabei ergebende Winkel zwischen der Achse des Granulators und der Horizontalen  
20 kann zwischen 0 und 15° verändert werden.



Füllmenge und Verweilzeit können weiterhin durch die Drehzahl der Stachelwelle beeinflusst werden. Bei gleichbleibender Rußzufuhr (konstanter Rußdurchsatz) verringern sich mit steigender Drehzahl die Füllmenge und  
25 Verweilzeit proportional zueinander.

Während der Verperlung kann der Stator des Ringschichtmischgranulators auf eine Temperatur zwischen 20 und 150°C, bevorzugt auf 80 bis 120°C, erwärmt werden, um ein Verkleben des Rußes mit der Wandung des Stators  
30 weitgehend zu unterbinden.

Die Rußperlen aus dem Ringschichtmischgranulator können anschließend getrocknet werden. Die Trocknertemperatur kann zwischen 100° und 250°C, vorzugsweise zwischen 150° und

200°C, betragen. Die Temperatur der Rußperlen beim Trockneraustritt kann zwischen 30° und 100°C, vorzugsweise zwischen 40° und 70°C, betragen.

- Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können prinzipiell alle
- 5 Rußtypen granuliert werden. Es können Furnaceruße, Flammruße, Gasruße, Channelruß, Thermalruß, Acetylenruß, Plasmaruß, Inversionsruß, bekannt aus DE 195 21 565, Si-haltige Ruße, bekannt aus WO 98/45361 oder DE 19613796, oder metallhaltige Ruße, bekannt aus WO 98/42778,
- 10 Lichtbogenruße und kohlenstoffhaltige Materialien, die Nebenprodukte chemischer Produktionsprozesse sind, verwendet werden. Vorzugsweise können Ruße mit BET-Oberflächen zwischen 10 und 200 m<sup>2</sup>/g verwendet werden.

- Dem eingedüsten Wasser können Bindemittel zugesetzt werden.
- 15 Als Bindemittel können Melasse, Ligninsulfonate sowie zahlreiche andere Stoffe alleine oder in Kombination miteinander zugesetzt werden. Das Bindemittel kann in einer Konzentrationen zwischen 0,5 und 5 Gew.-% eingesetzt werden. Für Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl größer
- 20 als 100 ml/100 g kann das Bindemittel in einer Konzentration zwischen 0,5 und 1,5 Gew.-% eingesetzt werden. Für Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl kleiner als 90 ml/100 g kann das Bindemittel in einer Konzentration zwischen 1,5 und 2,5 Gew.-% eingesetzt werden.

- 25 Abhängig von der Ölabsorptionszahl und der Ölabsorptionszahl des gepreßten Rußes ergeben sich zwei erfindungsgemäße Gruppen von Rußperlen:

1. Gegenstand der Erfindung sind Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl größer als 100 ml/100 g und einer
- 30 Ölabsorptionszahl von gepreßtem Ruß größer als 78 ml/100 g, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass die Perlfraktion mit einem Durchmesser größer als 2,5 mm kleiner als 3,5 Gew.-%, vorzugsweise kleiner 2,0 Gew.-%,

die Perlfraktion mit einem Durchmesser von 0,71 - 1,0 mm größer als 22 Gew.-%, vorzugsweise größer 25 Gew.-%, und die Einzelperlhärte der Fraktion mit dem Durchmesser 0,71 - 1,0 mm zwischen 7,0 und 25,0 g, vorzugsweise  
5 zwischen 8,0 und 20,0 g, ist.

2. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl kleiner als 90 ml/100 g und einer Ölabsorptionszahl von gepreßtem Ruß kleiner als 78 ml/100 g, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass die  
10 Perlfraktion mit einem Durchmesser von 0,71 - 1,0 mm kleiner als 30 Gew.-%, vorzugsweise kleiner 25 Gew.-%, und die Einzelperlhärte der Fraktion mit dem Durchmesser 0,71 - 1,0 mm zwischen 7,0 und 25,0 g, vorzugsweise zwischen 8,0 und 20,0 g, ist.

15 Die Rußperlen können eine BET-Oberfläche von kleiner als  $70\text{m}^2/\text{g}$ , vorzugsweise kleiner als  $50\text{m}^2/\text{g}$ , haben. Der Feuchtigkeitsgehalt der noch ungetrockneten Rußperlen kann zwischen 35 - 60 Gew.-% betragen.

20 Die erfindungsgemäßen Rußperlen können in Polymermischungen, wie beispielsweise Kautschuk und Kunststoffe, Lacken, Farben, Pigmenten und den zahlreichen weiteren Verwendungsformen von Ruß verwendet werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind  
25 Kautschukmischungen, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass sie Kautschuk, die erfindungsgemäßen Rußperlen, gegebenenfalls gefällte Kieselsäure, und/oder weitere Kautschukhilfsmittel enthalten.

Für die Herstellung erfindungsgemäßer Kautschukmischungen  
30 eignen sich neben Naturkautschuk auch Synthesekautschuke. Bevorzugte Synthesekautschuke sind beispielsweise bei W.

Hofmann, Kautschuktechnologie, Genter Verlag, Stuttgart 1980, beschrieben. Sie umfassen u.a.

Polybutadien (BR)

Polyisopren (IR)

- 5 Styrol/Butadien-Copolymerisate mit Styrolgehalten von 1 bis 60, vorzugsweise 5 bis 50 Gew.-% (SBR)

Isobutylen/Isopren-Copolymerisate (IIR)

Butadien/Acrylnitril-Copolymere mit Acrylnitrilgehalten von 5 bis 60, vorzugsweise 10 bis 50 Gew. -% (NBR)

- 10 Ethylen/Propylen/Dien-Copolymerisate (EPDM)

sowie Mischungen dieser Kautschuke.

- Die erfindungsgemäßen Kautschukmischungen können weitere Kautschukhilfsprodukte enthalten wie unter anderem Reaktionsbeschleuniger, -verzögerer, Alterungsschutzmittel, 15 Stabilisatoren, Verarbeitungshilfsmittel, Weichmacher, Wachse, Metalloxide sowie Aktivatoren, wie Triethanolamin, Polyethylenglykol oder Hexantriol, die der Kautschukindustrie bekannt sind.

- Die Kautschukhilfsmittel können in üblichen Mengen, die 20 sich unter anderem nach dem Verwendungszweck richten, eingesetzt werden. Übliche Mengen sind zum Beispiel Mengen von 0,1 bis 50 Gew.-% bezogen auf Kautschuk.

- Als Vernetzer können Schwefel, organische Schwefelspender oder Radikalbildner dienen. Die erfindungsgemäßen 25 Kautschukmischungen können darüber hinaus Vulkanisationsbeschleuniger enthalten.

Beispiele für geeignete Vulkanisationsbeschleuniger sind Mercaptobenzthiazole, Sulfenamide, Guanidine, Thiurame, Dithiocarbamate, Thioharnstoffe und Thiocarbonate.



Die Vulkanisationsbeschleuniger und Vernetzer können in Mengen von 0,1 bis 10 Gew.-%, bevorzugt 0,1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf Kautschuk, eingesetzt werden.

Die Abmischung der Kautschuke mit den erfindungsgemässen  
5 Rußperlen, gegebenenfalls Kautschukhilfsmitteln und  
gegebenenfalls weiteren Füllstoffen kann in üblichen  
Mischaggregaten, wie Walzen, Innenmischern und  
Mischextrudern, durchgeführt werden. Üblicherweise werden  
solche Kautschukmischungen in Innenmischern hergestellt,  
10 wobei zunächst in einer oder mehreren aufeinanderfolgenden  
thermomechanischen Mischstufen die Kautschuke, die  
erfindungsgemässen Rußperlen, gegebenenfalls die Kieselsäure  
und die Kautschukhilfsmittel bei 100 bis 170°C eingemischt  
werden. Dabei kann sich die Zugabereihenfolge und der  
15 Zugabezeitpunkt der Einzelkomponenten entscheidend auf die  
erhaltenen Mischungseigenschaften auswirken. Die so  
erhaltene Kautschukmischung wird dann üblicherweise in  
einem Innenmischer oder auf einer Walze bei 40-110°C mit  
den Vernetzungschemikalien versetzt und zur sogenannten  
20 Rohmischung für die nachfolgenden Prozeßschritte, wie zum  
Beispiel Formgebung und Vulkanisation, verarbeitet.

Die Vulkanisation der erfindungsgemässen Kautschukmischungen  
kann bei Temperaturen von 80 bis 220°C, bevorzugt 130 bis  
180°C, gegebenenfalls unter Druck von 10 bis 200 bar  
25 erfolgen.

Die erfindungsgemässen Kautschukmischungen eignen sich unter  
anderem zur Herstellung von Formkörpern, zum Beispiel für  
die Herstellung von Luftreifen, Reifenlaufflächen,  
Kabelmänteln, Schläuchen, Treibriemen, Förderbändern,  
30 Walzenbelägen, Reifen, Schuhsolen, Dichtungsringen,  
Profilen und Dämpfungselementen.

Die erfindungsgemäßen Rußperlen haben den Vorteil, dass trotz geringer Einzelperlhärte ein ausgezeichnetes Fließ- und Lagerverhalten ermöglicht wird.

Figur 1: Ringschichtmischgranulator mit Stachelwelle  
5 zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird mit einem Ringschichtmischgranulator mit Stachelwelle durchgeführt. Der Aufbau eines solchen Ringschichtmischgranulator ist  
10 schematisch in Figur 1 dargestellt. Der Granulator besteht aus einem liegend angeordneten feststehenden Rohr 1, dem Stator, und einer darin axial angeordneten sich drehenden Stachelwelle 2 mit den wendelförmig angeordneten Stacheln 3. Zwischen der Stachelwelle 2 und dem Stator 1 befindet  
15 sich der Perlraum des Granulators. Der Ruß wird dem Ringschichtmischgranulator am Einlauf 5 zugeführt. Im Bereich des Einlaufs befindet sich auf der Stachelwelle eine Förderschnecke 6, die den ungeperlten Ruß in axialer Richtung zum Auslauf 7 fördert. Der Stator 1 ist  
20 doppelwandig ausgeführt und erlaubt die Temperierung der Statorwandung mit Hilfe einer Flüssigkeit 8. Längs des Stators befinden sich Durchgangsbohrungen, durch die Sprühdüsen 9 für Zusatzstoffe eingeführt werden können.

### Beispiel 1:

25 Herstellung der Rußperlen

Die Vergleichsruße werden in einem Verperlungsaggregat mit einer Stachelwelle, wobei die Stacheln in drei Helixes um die Stachelwelle angeordnet sind, hergestellt. Die Umdrehungsgeschwindigkeit wird konstant auf 220 UpM  
30 reguliert. Die Wassereinspeisung erfolgt durch eine axiale Lanze mit sechs Löchern.

Mit dem Ringschichtmischgranulator nach Figur 1 werden verschiedene erfindungsgemäße Rußtypen granuliert. Der für alle folgenden erfindungsgemäßen Beispiele verwendete Granulator (RMG 600WL der Firma Ruberg Mischtechnik KG) hat  
 5 eine Länge von 3000 mm und einen Innendurchmesser von 515 mm. Der Granulator wird mit überhitztem Wasser von 110°C temperiert.

Die erfindungsgemäßen Ruße werden mit den in Tabelle 1 angegebenen Prozeßparameter hergestellt.

10 Tabelle 1

Parameter	Erfindungs- gemäße Rußperlen 2	Erfindungs- gemäße Rußperlen 3	Erfindungs- gemäße Rußperlen 4
Sprühwinkel	45°	45°	45°
Wasserdruck an den Sprühdüsen	3,5 bar	3,5 bar	3,5 bar
Feuchtigkeits- gehalt der resultierenden Rußperlen	53 Gew. %	53 Gew. %	37 Gew. %
Melasse- konzentration im Vorratstank	20 Gew. %	20 Gew. %	20 Gew. %
Melasse- konzentration im Verperlungs- wasser	1,5 Gew. %	1 Gew. %	2 Gew. %
Trockner- temperatur	175°C	175°C	180°C

Zur Herstellung der erfingungsgemäßen Rußperlen werden die Einspritzdüsen des Perlwassers möglichst nahe dem  
 15 Rußeinlauf in den RMG 600 WL positioniert, um eine optimale Granulationswirkung über die verbleibende Länge des RMG 600 WL zu erhalten. Es werden zwei Düsenhalter mit je zwei Sprühdüsen verwendet. Die Sprührichtung der Düsen hat einen Winkel von 45° zur und in die Richtung der  
 20 Strömungsrichtung des Rußes. Der Wasserdruck an den

- Sprühdüsen beträgt konstant 3,5 bar, resultierend in einem Feuchtigkeitsgehalt der ungetrockneten Rußperlen von 35 - 60 Gew.-%. Als Bindemittel wird 20%ige wäßrige Melasse der Firma France Melasses S.A., Paris eingesetzt, die aus einem Vorratstank auf Konzentrationen von 1 bis 4 Gew.-% verdünnt wird. Der Zulauftank, aus dem die Einspeisung des unverperlten Rußes erfolgt, muss dabei konstant gefüllt sein, um eine mengenkonstante Einspeisung in den RMG 600 zu erreichen. Die Rußperlen werden anschließend getrocknet.
- 10 Die analytischen Eigenschaften der getrockneten Rußperlen sind in Tabelle 2 und Tabelle 3 aufgeführt.

Tabelle 2 Analytische Daten

	BET-Oberfläche [m <sup>2</sup> /g]	Ölab-sorptions-zahl [ml/100g]	Ölab-sorptions-zahl von gepreßtem Ruß [ml/100g]	Einzel-perl-härte (0,71-1mm) [g]	Einzel-perl-härte (1,4-1,7mm) [g]
Vergleichsrußperlen 1	41	121	88	13,6	30
Erfindungsgemäße Rußperlen 2	42	121	88	10,3	22
Erfindungsgemäße Rußperlen 3	41	123	89	7,8	16
Erfindungsgemäße Rußperlen 4	32	65	60	14,0	25
Vergleichsrußperlen 5	31	65	59	13,8	35

Tabelle 3: Perlgrößenverteilung

	Ver- gleichs- rußperlen 1	Erfin- dungs- gemäße Rußperlen 2	Erfin- dungs- gemäße Rußperlen 3	Erfin- dungs- gemäße Rußperlen 4	Ver- gleichs- rußperlen 5
Perlfraction	[Gew.-%]	[Gew.-%]	[Gew.-%]	[Gew.-%]	[Gew.-%]
<0,125 mm	2,9	0,5	0,3	3,7	1,4
0,125 – 0,25 mm	2,9	0,8	0,6	9	6,2
0,25 – 0,50 mm	6,4	4,8	6,1	23,7	22,4
0,50 – 0,71 mm	8	10	13,7	21,9	22,5
0,71 – 1,0 mm	19	27,6	34,9	24,2	30,8
1,0 – 1,5 mm	37,1	44,2	39,1	14,7	14,8
1,5 – 2,0 mm	12,5	8,9	3,9	1,6	0,8
2,0 – 2,5 mm	7,7	2,8	1,2	0,6	0,4
> 2,5 mm	3,5	0,4	0,2	0,6	0,7

Die analytischen Daten der Rußperlen werden nach folgenden Normen bestimmt:

- 5 BET-Oberfläche ASTM 6556-01a,  
Ölabsorptionzahl: ASTM D-2414-01,  
Ölabsorptionzahl von gepreßtem Ruß ASTM D-3493-01  
Einzelperlhärte: ASTM D-3313-99,  
Feinanteil: ASTM D-1508-01
- 10 Die Perlgrößenverteilung wird in Anlehnung an ASTM D 1511-00 bestimmt. Als Siebschüttler wird ein Ro-Tap in Lizenz der Firma WS Tyler eingesetzt. In Abweichung zu der genannten Norm wird eine Siebkaskade mit den Sieben 0,125 mm; 0,25 mm, 0,5 mm, 0,71 mm, 1,00 mm, 1,5 mm, 2,0 mm und 2,5 mm verwendet. Die Zahlenangaben
- 15 bezeichnen dabei die lichten Maschenweiten der Siebe.

Zur Bestimmung der Ölabsorptionzahl und der Ölabsorptionzahl von gepreßtem Ruß wird das Parafinöl der

20 Fa. Exxon, Marcol 82, eingesetzt.

## Beispiel 2

Fördereigenschaften:

Die Fördereigenschaften von Rußperlen werden in einer Technikumsanlage geprüft. Die Rohre sind mit einem

5 Gummischlauch ausgekleidet, um das Anhaften von Fördergut an die Rohrwände zu minimieren. Die Rußperlen werden in einem Kreis gefahren mit einer gesamten Förderstrecke von 64 m einschließlich 12 m Vertikalförderung und sieben Umlenkungen. Der Rohrdurchmesser beträgt 100 mm über den  
10 Großteil der Förderstrecke und 110 mm auf den letzten 14 m. Mittels einer Zellradschleuse werden die Rußperlen aus dem Vorratsgefäß in das Fördersystem eingespeist. Am Ende des Fördersystems befindet sich ein Aufnahmetank für den geförderten Ruß.

15 Es werden die Rußperlen aus Tabelle 2 und 3 untersucht.

Die Ergebnisse des Dichtstromförderversuches zeigen, dass bei den erfindungsgemäßen Rußperlen 2 der Druckverlauf über die Zeit konstant ist beziehungsweise eine Plateau ergibt (Figur 2). Die Luftgeschwindigkeit kann bis auf 5,6 m/s  
20 abgesenkt werden, ohne dass es zu Schwankungen im Druckverlauf kommt. Es wird ein hohes Feststoff-Förderluftverhältnis von 20 kg/kg und eine Förderleistung von 4,6 to/h erreicht.

Die linke Achse der Figuren 2-10 beschreibt das Gewicht des  
25 in den Aufnahmetank geförderten Rußes (Einheit Kg). Die rechte Achse beschreibt den Förderdruck (Einheit bara für den absoluten Druck). Das heißt zum Beispiel, dass bei 1,5 bara der Überdruck in der Leitung 0,5 bar beträgt.

Obwohl bei den Vergleichsrußperlen 1 das Feststoff- / Luft-  
30 Verhältnis auf 14 kg/kg abgesenkt wird, ist ein deutlich unruhiger Druckverlauf über die Zeit zu erkennen (Figur 3), sodass die Luftgeschwindigkeit von 6,6 m/s nicht weiter

abgesenkt werden kann, ohne dass die Gefahr von Förderproblemen auftritt. Es kann zu ungleichmäßigem Fördern bis hin zum Verstopfen der Förderleitungen kommen. Die Fördermenge der Vergleichsrußperlen 1 ist damit auf 3,8  
5 to/h limitiert.

Bei der Dichtstromförderung zeigt ein Vergleich, dass die erfindungsgemäßen Rußperlen 2 (Figur 4), bei einer Luftgeschwindigkeit von 4,8 m/s sogar mit einem gegenüber den Vergleichsrußperlen 1 (Figur 5) erhöhten Feststoff- /  
10 Luft-Verhältnis ein Plateau des Druckes im Druck-Zeit-Diagramm bilden und damit stabile Förderbedingungen ergeben.

Die Vergleichsrußperlen 1 zeigen trotz des reduzierten Feststoff- / Luft-Verhältnisses bereits starke Schwankungen  
15 im Druckverlauf über der Zeit, verbunden mit einem steigenden Druck, was belegt, dass ein weiteres Absenken der Fördergeschwindigkeit für diese Rußperlen nicht möglich ist, ohne dass die Gefahr von Förderproblemen deutlich erhöht wird.

20 Mit den Vergleichsrußperlen 1 und den erfindungsgemäßen Rußperlen 2 werden unter den vorgenannten Bedingungen 4 to/h gefördert, aber es ist klar zu erkennen, dass die Fördermenge für die Vergleichsrußperlen 1 abgesenkt werden muss, um dauerhaft stabile Förderbedingungen zu erreichen.

25 Bei nahezu gleichen Förderluftgeschwindigkeiten (ca. 5,5 m/s; Figur 2 und 5) ist mit den erfindungsgemäßen Rußperlen 2 ein höheres Feststoff- / Luft-Verhältniss möglich als bei den Vergleichsrußperlen 1, die bereits bei dem Feststoff- / Luftverhältnis von 18kg/kg einen sehr unruhigen Verlauf des  
30 Druckes über der Zeit zeigen, sodass insgesamt eine höhere Förderleistung mit den erfindungsgemäßen Rußperlen 2 erzielt werden kann.

Bei der Dünnstromförderung ergibt sich, dass die Vergleichsrußperlen 1 und die erfindungsgemäßen Rußperlen 2 aufgrund der erhöhten Förderluftgeschwindigkeit stabil  
5 gefördert werden können (Figur 6 und 7). Die erfindungsgemäßen Rußperlen 2 können mit einem leicht erhöhten Feststoff- / Luft-Verhältniss gegenüber den Vergleichsrußperlen 1 gefahren werden, so dass insgesamt eine höhere Förderleistung erzielt werden kann. Bei den  
10 erfindungsgemäßen Rußperlen 2 hat sich nach der Förderung ein Feinanteil von 15 Gew.-% gebildet, was deutlich unter dem Feinanteil des Vergleichsrußes 1 von über 20 Gew.-%, liegt. Die erfindungsgemäßen Rußperlen 2 sind somit leichter zu dispergieren. Die gute Dispergierbarkeit wird  
15 durch die niedrige Einzelperlhärte der erfindungsgemäßen Rußperlen 2 noch verstärkt. Die Einzelperlhärte der Fraktion 1,4 - 1,7 mm beträgt für die erfindungsgemäßen Rußperlen nur 22 g, während die Vergleichsrußperlen 1 in dieser Fraktion eine Einzelperlhärte von 30 g aufweist.

20

Die erfindungsgemäßen Rußperlen 2 (Figur 6) und 3 (Figur 8), die ein sehr ähnliches Perlspektrum aber unterschiedliche Einzelperlhärten aufweisen, werden in der Dünnstromförderung verglichen. Es zeigt sich, dass die  
25 erfindungsgemäßen Rußperlen 3 mit einer Einzelperlhärte von 16g (1,4 - 1,7 mm) nach der Förderung einen Feinanteil von 20 Gew.-% und die erfindungsgemäßen Rußperlen 2 bei einer Einzelperlhärte von 22 g (1,4 - 1,7 mm) einen Feinanteil von nur 15 Gew.-% unter diesen Förderbedingungen aufweisen.

30 Die erfindungsgemäßen Rußperlen 3 haben im Gegensatz zu den Vergleichsrußperlen 1 eine schmalere Perlverteilung bei sehr niedriger Einzelperlhärte, was vorteilhaft für die Dispergierung ist. Trotz der deutlich unterschiedlichen



Einzelperlhärten zeigen die erfindungsgemäßen Rußperlen 3 (Figur 8) sogar bei erhöhtem Feststoff- /-Luft-Verhältnis und damit erhöhter Fördermenge nach Dünnstromförderung einen Feinanteil von 20 Gew.-%, während die

5 Vergleichsrußperlen 1 (Figur 7) mit einem Feinanteil von 21 Gew.-% sogar noch über diesem Wert liegen bei einer gleichzeitig reduzierten Förderleistung.

Die erfindungsgemäßen Rußperlen 4 und die

10 Vergleichsrußperlen 5 haben andere kolloidale Eigenschaften als die oben aufgeführten Ruße. Im Gegensatz zu den oben betrachteten Rußen haben sie eine geringere Oberfläche und eine geringere Struktur.

In Figur 9 und 10 sind die Ergebnisse der beiden Rußperlen

15 bei verschiedenen Luftgeschwindigkeiten im Dünnstromverfahren dargestellt. Die erfindungsgemäßen Rußperlen 4 können bei einer Förderluftgeschwindigkeit von 5,8 m/s und einem Feststoff- / Luftverhältnis von 14 kg/kg gerade noch stabil gefördert werden, wie an dem

20 plateauähnlichen Druckverlauf über die Zeit gesehen werden kann (Figur 10). Daraus resultiert eine Förderleistung von 3,2 to pro Stunde. Die Vergleichsrußperlen 5 können selbst bei der höheren Luftgeschwindigkeit von 7,0 m/s und einem auf 11 kg/kg reduzierten Feststoff- / Luftverhältnis nicht

25 stabil gefördert werden, wie an dem instabilen Druckverlauf über die Zeit gesehen werden kann (Figur 9). Die daraus resultierende Förderleistung beträgt 3,1 to/h, kann aber in der Praxis wohl nicht erreicht werden, da Verstopfungen auftreten werden. Gleichzeitig haben die

30 Vergleichsrußperlen 5 nach der Förderung einen Feinanteil von 15 Gew.-% und würden deshalb in weiteren Fördereinrichtungen und bei der Dispergierung in anderen Medien Probleme bereiten, während die erfindungsgemäßen

Rußperlen 4 nur einen Feinanteil von 7 Gew.-% nach der Förderung aufweisen und deshalb bessere Dispersions- und Fördereigenschaften besitzen.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Rußperlen, dadurch gekennzeichnet, dass man in einem Ringschichtmischgranulator die Einspeisemenge an  
5 unverperlten Ruß konstant hält und über zwei möglichst einlaufsnah positionierte Düsenhalter mit jeweils zwei Düsen, wobei die Sprühkegel einen Winkel in der Strömungsrichtung des Rußes zwischen 10 und 90° zu dieser einnehmen, das Wasser bei einem Druck, gemessen  
10 an den Düsen, von 3 bis 5 bar eindüst.
2. Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl größer als 100 ml/100 g und Ölabsorptionszahl von gepreßtem Ruß größer als 78 ml/100 g, dadurch gekennzeichnet, dass die Perlfraktion mit einem Durchmesser größer als 2,5 mm  
15 kleiner als 3,5 Gew.-%, die Perlfraktion mit einem Durchmesser von 0,71 - 1,0 mm größer als 22 Gew.-% und die Einzelperlhärte der Fraktion mit dem Durchmesser 0,71 - 1,0 mm zwischen 7,0 und 25,0 g ist.
3. Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl kleiner als 90  
20 ml/100 g und eine Ölabsorptionszahl von gepreßtem Ruß kleiner als 78 ml/100 g, dadurch gekennzeichnet, dass die Perlfraktion mit einem Durchmesser von 0,71 - 1,0 mm kleiner als 30 Gew.-% und die Einzelperlhärte der Fraktion mit dem Durchmesser 0,71 - 1,0 mm zwischen 7,0  
25 und 25,0 g ist.
4. Verwendung der Rußperlen nach Anspruch 2 oder 3 in Polymermischungen, Lacken, Farben oder Pigmenten.
5. Kautschukmischungen, dadurch gekennzeichnet, dass sie Kautschuk, die Rußperlen gemäß Anspruch 2 oder 3,  
30 gegebenenfalls gefällte Kieselsäure, und/oder weitere Kautschukhilfsmittel enthalten.

### Zusammenfassung

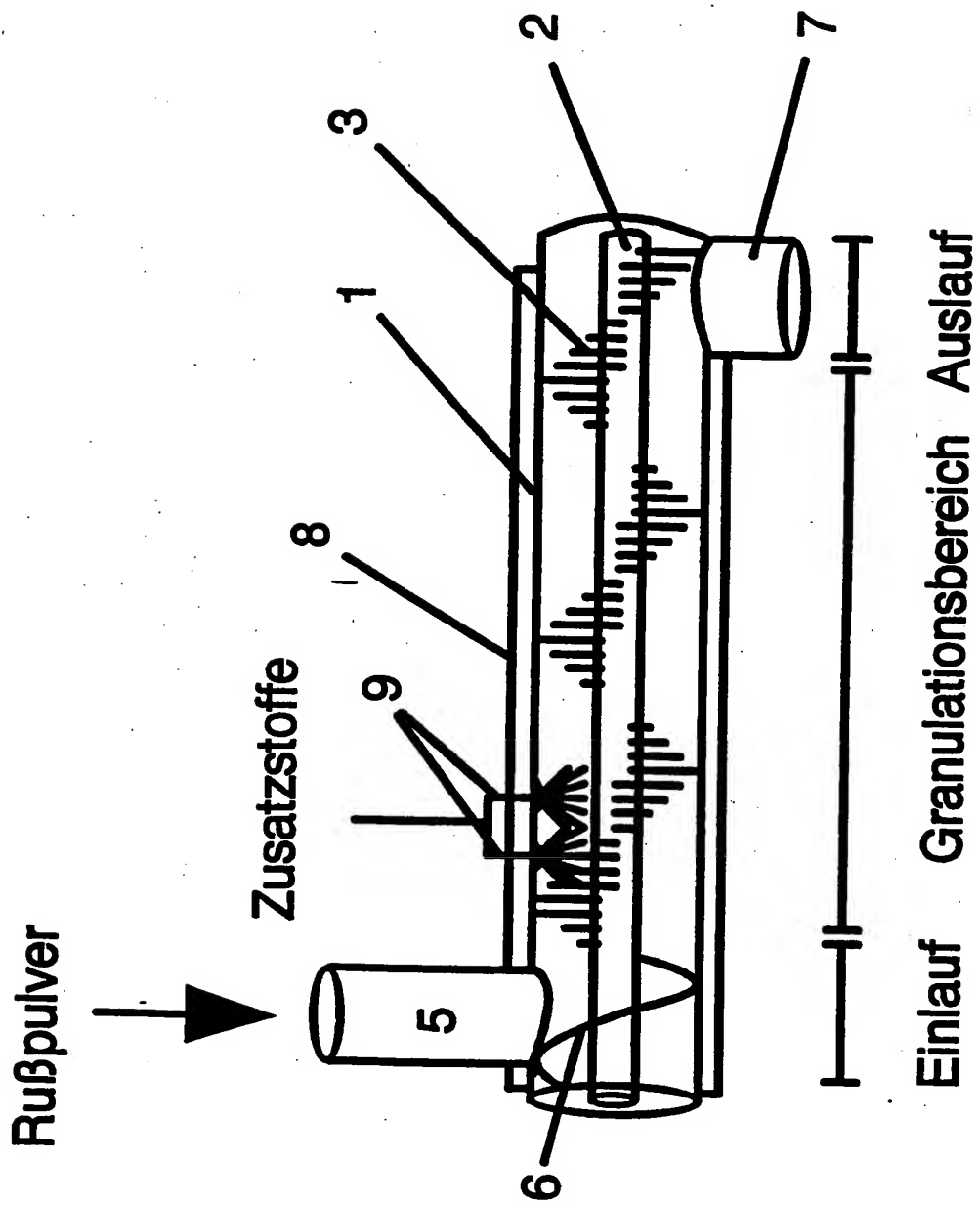
#### Rußperlen

Verfahren zur Herstellung von Rußperlen in einem  
5 Ringschichtmischgranulator, wobei man die Einspeisemenge an  
unverperlten Ruß konstant hält und über zwei möglichst  
einlaufsnah positionierte Düsenhalter mit jeweils zwei  
Düsen, wobei die Sprühkegel einen Winkel in der  
Strömungsrichtung des Rußes zwischen 10 und 90° zu dieser  
10 einnehmen, das Wasser bei einem Druck, gemessen an den  
Düsen, von 3 bis 5 bar eindüst.

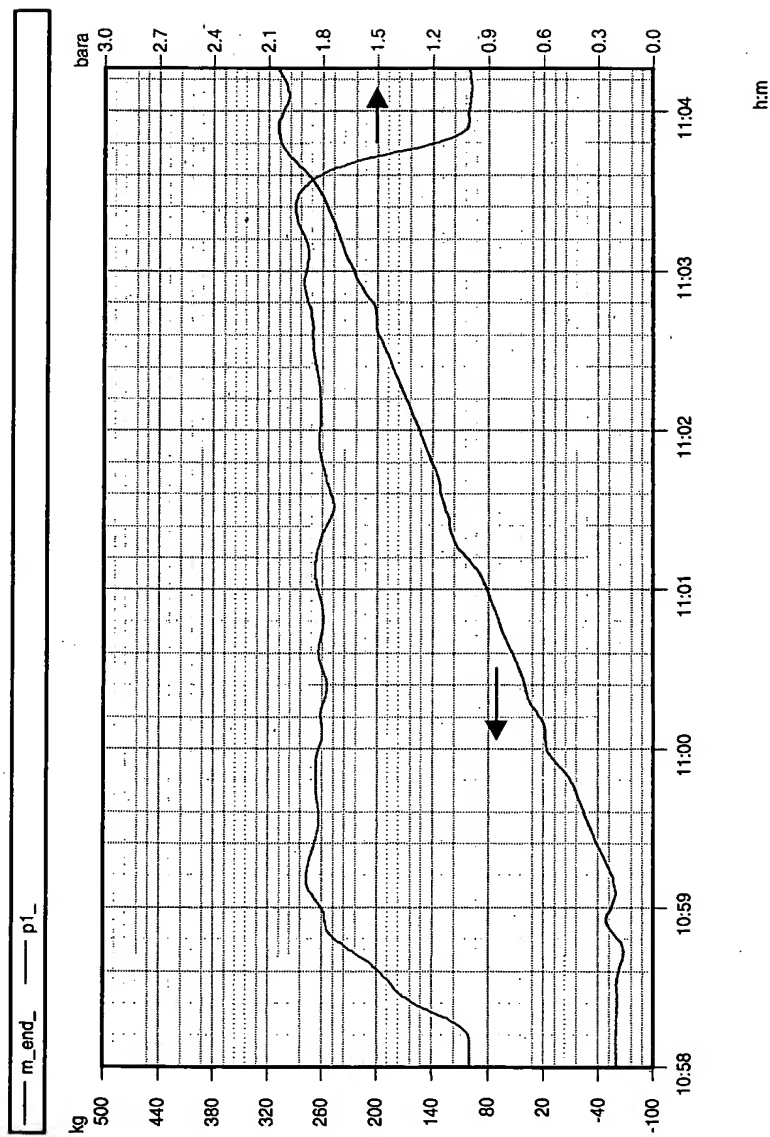
Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl größer als 100 ml/100  
g, einer Ölabsorptionszahl von gepreßtem Ruß größer als 78  
15 ml/100 g, einer Perlfraktion mit einem Durchmesser größer  
als 2,5 mm kleiner als 3,5 Gew.-%, einer Perlfraktion mit  
einem Durchmesser von 0,71 - 1,0 mm größer als 22 Gew.-%  
und einer Einzelperlhärte der Fraktion mit dem Durchmesser  
0,71 - 1,0 mm zwischen 7,0 und 25,0g.

20 Rußperlen mit einer Ölabsorptionszahl kleiner als 90 ml/100  
g, einer Ölabsorptionszahl von gepreßtem Ruß kleiner als 78  
ml/100 g, einer Perlfraktion mit einem Durchmesser von 0,71  
- 1,0 mm kleiner als 30 Gew.-% und einer Einzelperlhärte  
der Fraktion mit dem Durchmesser 0,71 - 1,0 mm zwischen 7,0  
25 und 25,0g.

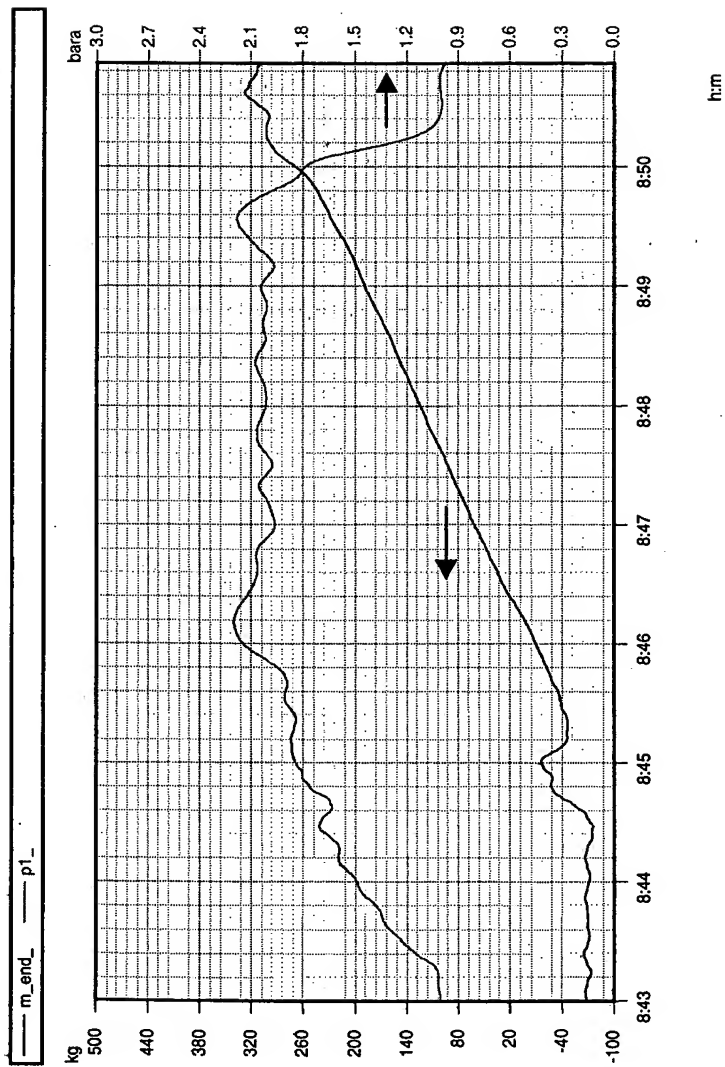
Die Rußperlen können in Polymermischungen, Lacken, Farben  
oder Pigmenten verwendet werden.



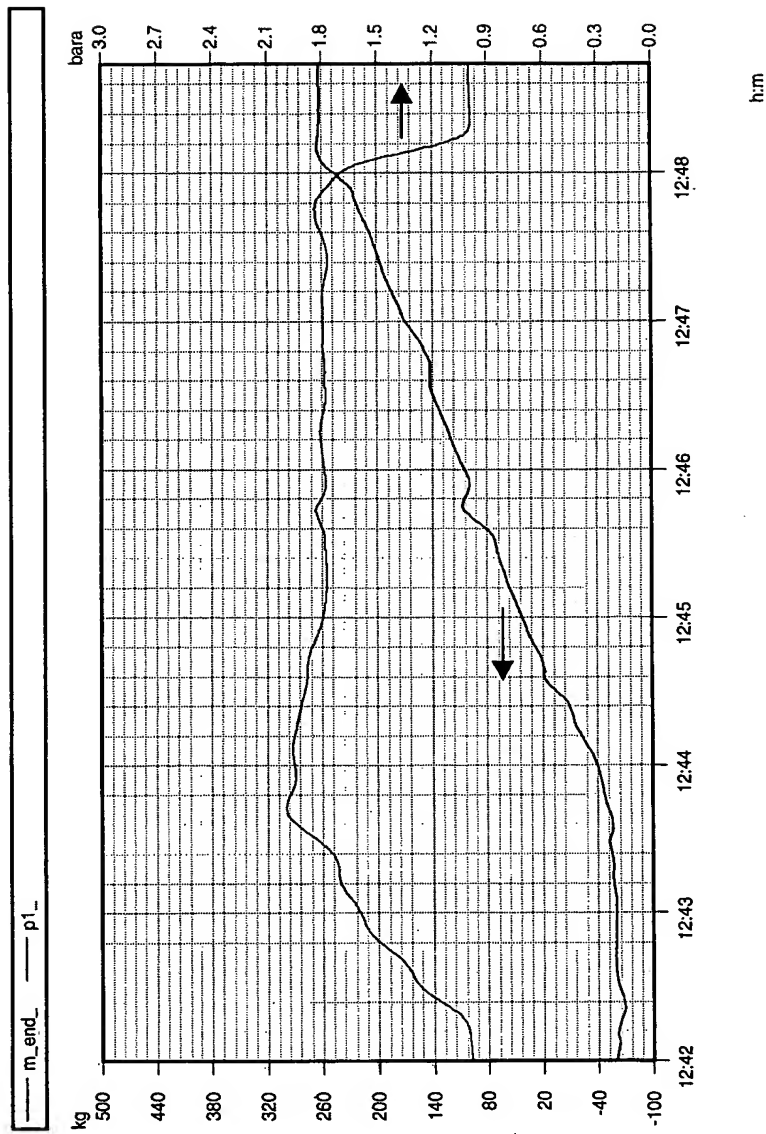
Figur 1



Figur 2: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dichtstromförderung über die Zeit für die erfundungsgemäßen Rußperlen 2 mit einer Luftgeschwindigkeit von 5,6 m/s, einem Feststoff-5 Förderluftverhältnis von 20 kg/kg und einer Förderleistung von 4,6 to/h.

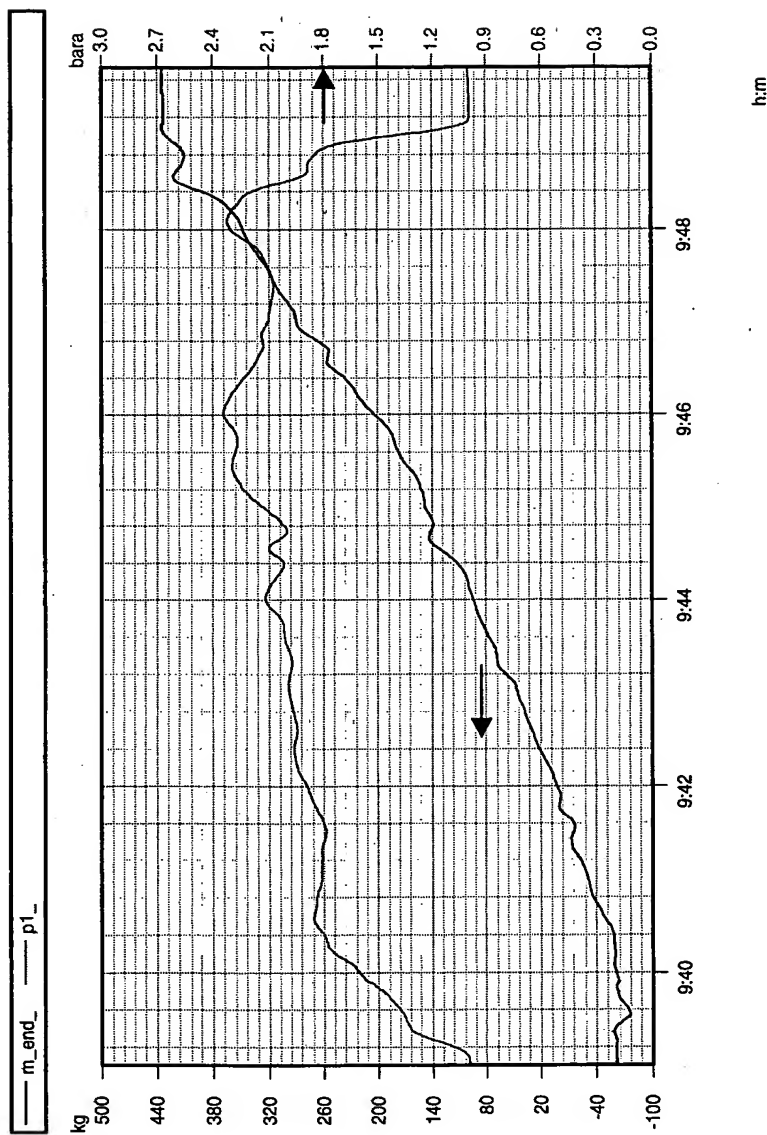


Figur 3: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dichtstromförderung über die Zeit für die Vergleichsrußperlen 1 mit einer Luftgeschwindigkeit von 6,6 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 14 kg/kg und einer Förderleistung von 3, 8 to/h.

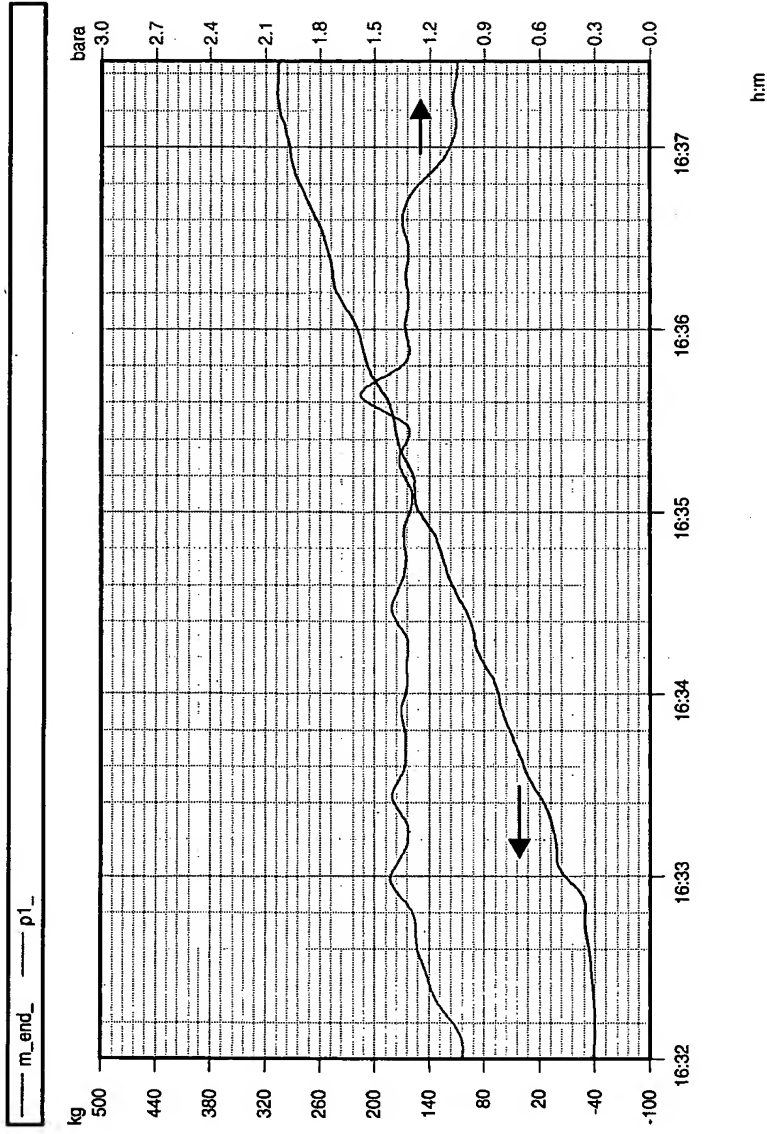


Figur 4: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dichtstromförderung über die Zeit für die erfingungsgemäßen Rußperlen 2 mit einer Luftgeschwindigkeit von 4,8 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 20 kg/kg und einer Förderleistung von 4,0 to/h.

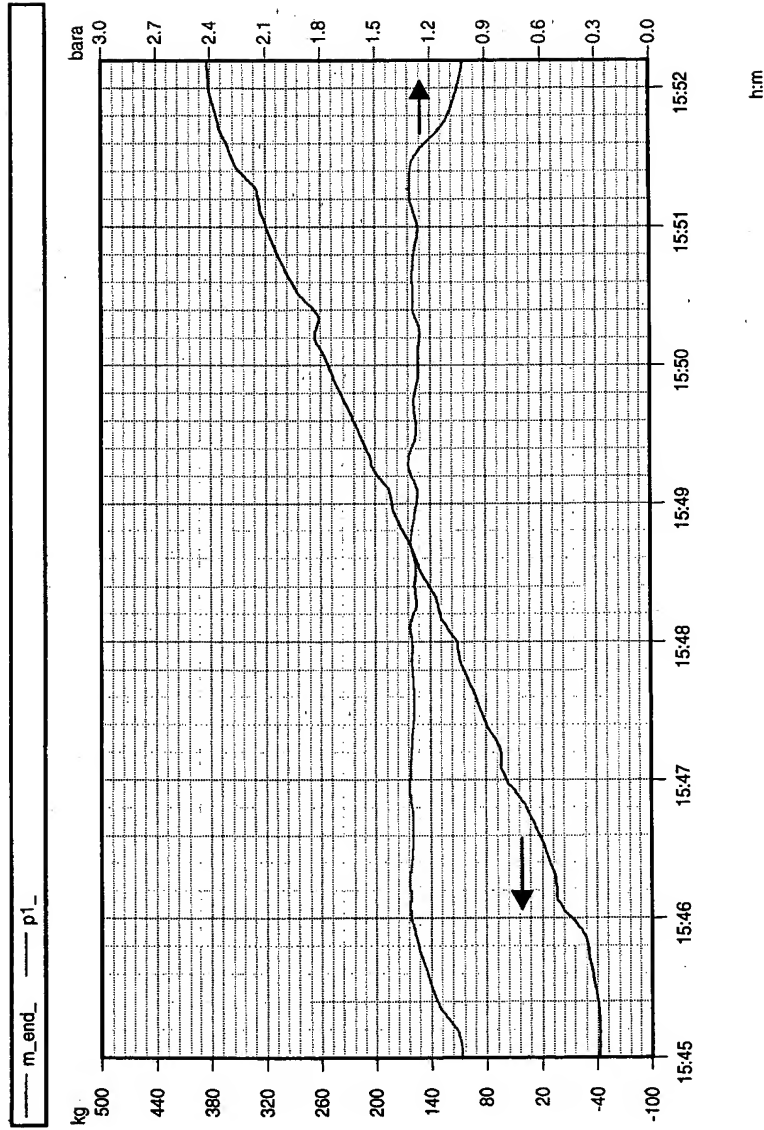




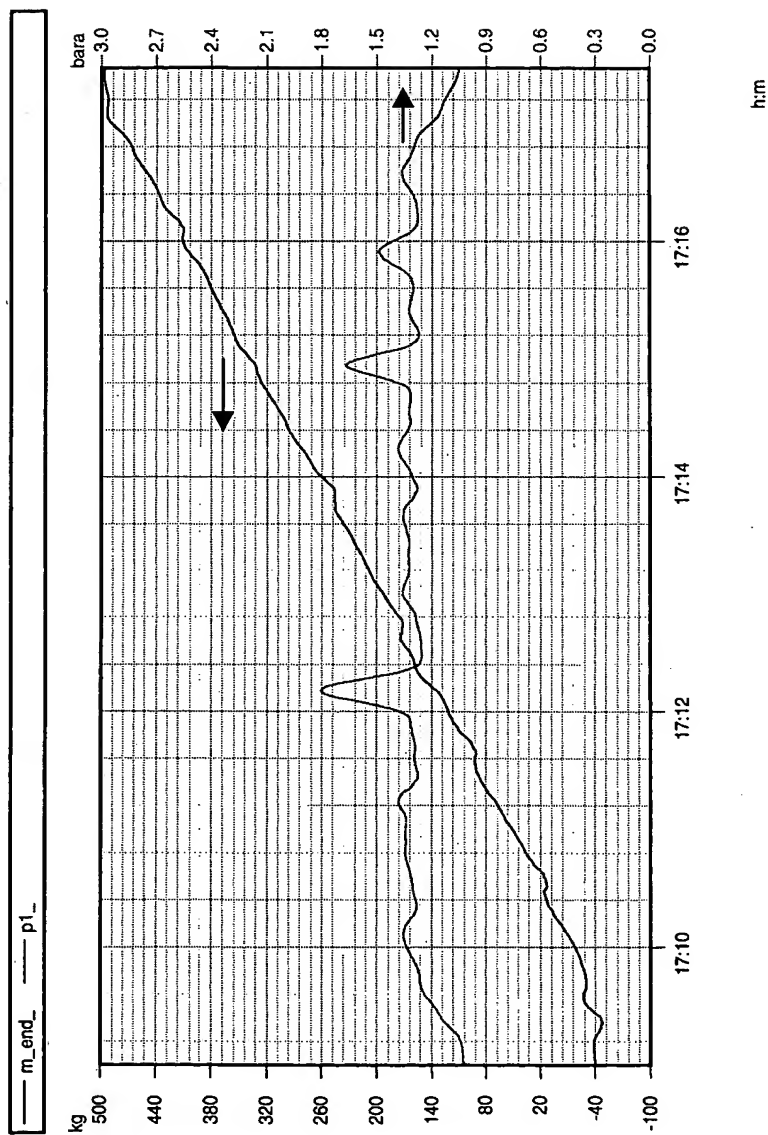
Figur 5: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dichtstromförderung über die Zeit für die Vergleichsrußperlen 1 mit einer Luftgeschwindigkeit von 5,5 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 18 kg/kg und einer Förderleistung von 4,0 to/h.



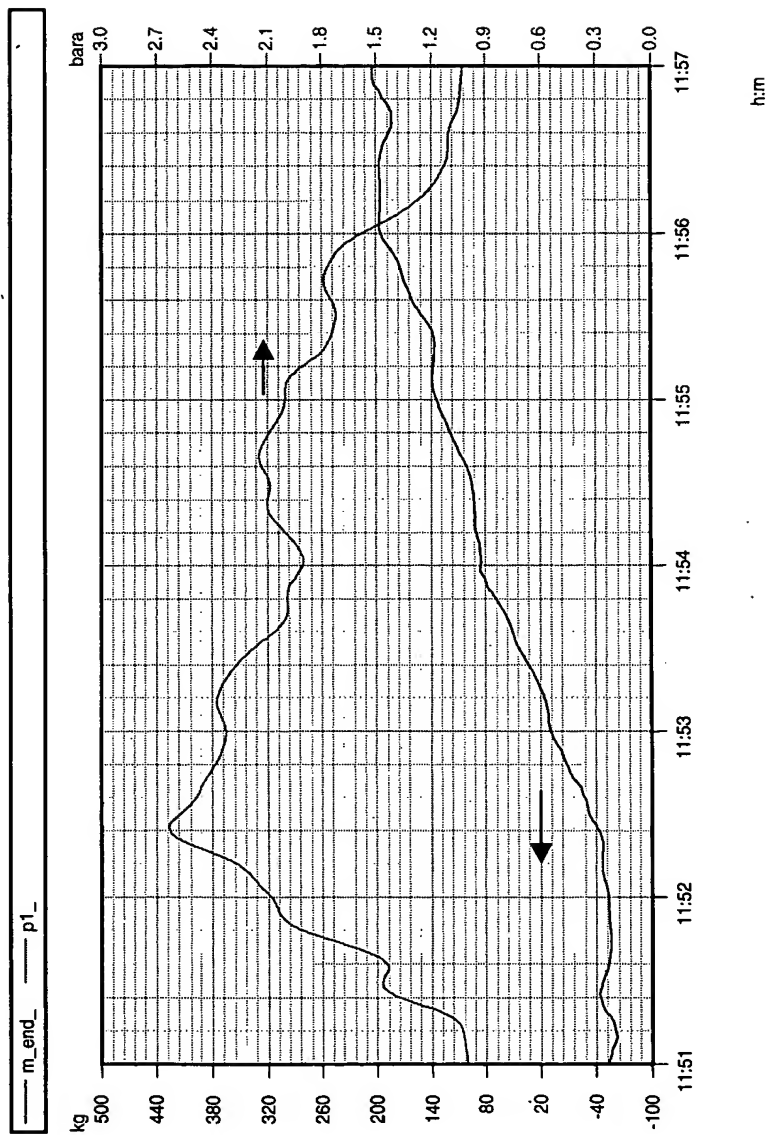
Figur 6: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dünnstromförderung über die Zeit für die erfindingsgemäßen Rußperlen 2 mit einer Luftgeschwindigkeit von 15,7 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 7 kg/kg und einer Förderleistung von 4,4 to/h.



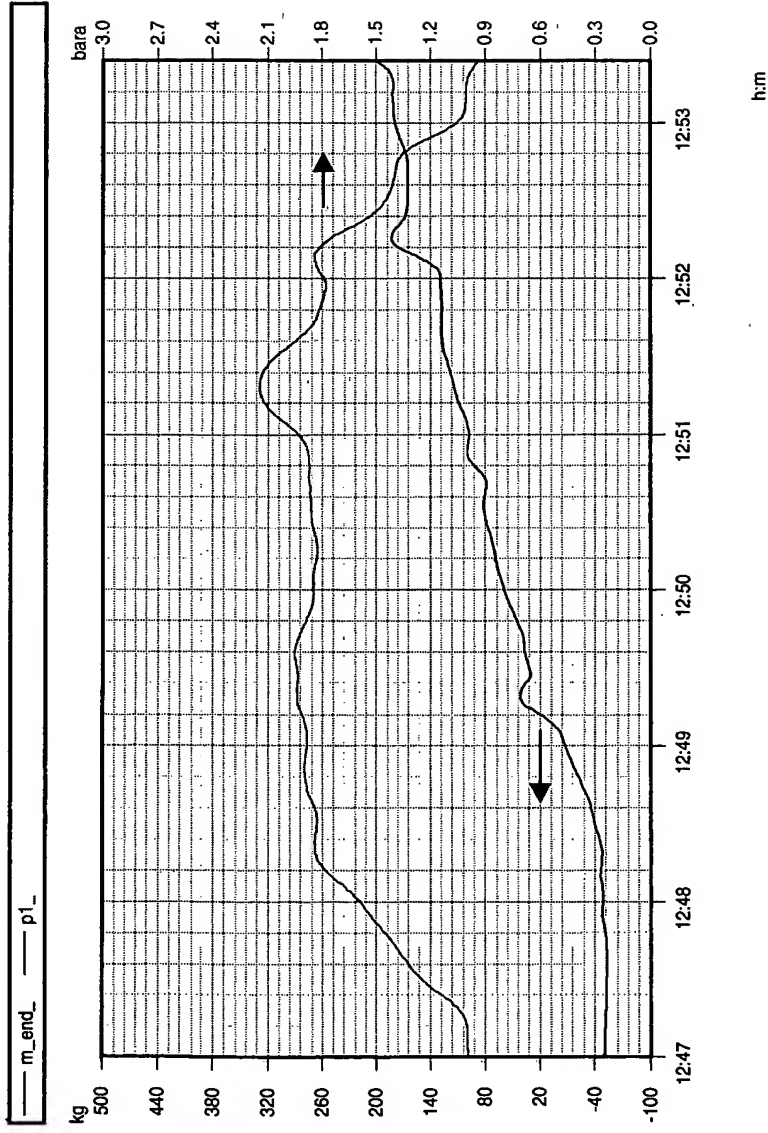
Figur 7: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dünnstromförderung über die Zeit für die Vergleichsrußperlen 1 mit einer Luftgeschwindigkeit von 16,0 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 6 kg/kg und einer Förderleistung von 3,8 to/h.



Figur 8: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dünnstromförderung über die Zeit für die erfindungsgemäßen Rußperlen 3 mit einer Luftgeschwindigkeit von 15,8 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 7 kg/kg und einer Förderleistung von 4,2 to/h.



Figur 9: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dünnstromförderung über die Zeit für die Vergleichsrußperlen 5 mit einer Luftgeschwindigkeit von 7,0 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 11 kg/kg und einer Förderleistung von 3,1 to/h.



Figur 10: Druck- und Fördermengenverlauf in der Dünnstromförderung über die Zeit für die erfindungsgemäßen Rußperlen 4 mit einer Luftgeschwindigkeit von 5,8 m/s, einem Feststoff-Förderluftverhältnis von 14 kg/kg und einer Förderleistung von 3,2 to/h.